

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-2592

(43)公開日 平成11年(1999)1月6日

(51)Int.Cl.⁶

G 0 1 N 1/22

識別記号

27/62

F I

G 0 1 N 1/22

27/62

X

V

V

L

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平9-154787

(22)出願日 平成9年(1997)6月12日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成9年3月28日
 社団法人照明学会発行の「平成9年度(第30回)照明学
 会全国大会講演論文集」に発表

(71)出願人 000005843

松下電子工業株式会社
 大阪府高槻市幸町1番1号

(72)発明者 安宅 とも子

大阪府高槻市幸町1番1号 松下電子工業
 株式会社内

(72)発明者 本田 孝二

大阪府高槻市幸町1番1号 松下電子工業
 株式会社内

(72)発明者 松尾 和尋

大阪府高槻市幸町1番1号 松下電子工業
 株式会社内

(74)代理人 弁理士 滝本 智之 (外1名)

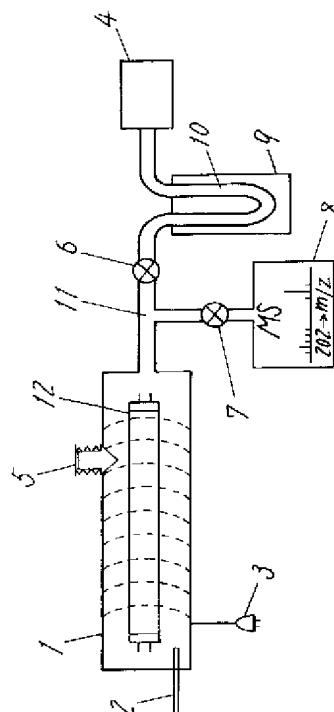
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水銀蒸気放電灯の水銀分析装置および水銀分析方法

(57)【要約】

【課題】 水銀蒸気放電灯に封入されている水銀を、発光に寄与する有効水銀と、寄与しない消費水銀とに正確に分別し、定量する。

【解決手段】 テープヒーター3によって蛍光ランプの動作温度に加熱保温されたSUSチャンバー1に蛍光ランプ12を設け、破壊治具5により蛍光ランプ12を破壊し、真空排気することによって蒸気化する水銀(有効水銀)を液体N₂トラップ9によりU字管10に捕集する。U字管10の内壁に付着した水銀を溶解し、ICP発光分析法、原子吸光法などで定量する。蛍光ランプ12に残存する水銀(消費水銀)については、SUSチャンバー1から蛍光ランプ12を取り出したのち、有効水銀と同様の方法で溶出し、定量する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 破壊治具を有するチャンバーと、前記チャンバーを加熱保温するための加熱手段と、前記チャンバーに接続された真空排気装置と、前記チャンバーと前記真空排気装置との間に配設された水銀トラップ手段とを具備した水銀蒸気放電灯の水銀分析装置。

【請求項2】 加熱保温されたチャンバー内に水銀蒸気放電灯を設けて前記水銀蒸気放電灯を破壊治具で破壊し、前記チャンバー内を真空排気して、発光に寄与する有効水銀を水銀トラップ手段で捕集することにより、発光に寄与しない消費水銀と前記有効水銀とに分離する水銀分析方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水銀蒸気放電灯の水銀分析装置および水銀分析方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】蛍光ランプ等の水銀蒸気放電灯には少量ではあるが有毒な金属である水銀が封入されており、水銀の封入量の削減が強く望まれている。現在水銀蒸気放電灯には、放電中に水銀が水銀蒸気放電灯内の構成材料と化学的、物理的な相互作用をして発光に寄与しない消費水銀へと変化するものをみこして、過剰量の水銀が封入されている。水銀蒸気放電灯中の水銀封入量を削減するためには、水銀蒸気放電灯内で混在する発光に寄与する有効水銀と、発光に寄与しない消費水銀とを正しく分別定量し、定格寿命まで消費される水銀、すなわち定格寿命まで点灯を維持するのに必要な水銀量を把握し、水銀蒸気放電灯に精度よく必要量の水銀を封入する必要がある。

【0003】従来の水銀蒸気放電灯内の水銀を分別定量する方法は、金属水銀、酸化水銀、アマルガム水銀などではそれぞれ水銀の放出温度が異なることを利用しており、電気炉で加熱し、原子吸光法で分析する方法が知られている。この方法では、金属水銀の蒸発効率から、金属水銀の検出温度を250℃に設定している。

【0004】例えば、水銀の蒸気不足により、光束が暗くなった水銀蒸気放電灯を250℃で全体を加熱すると、再び輝度が回復する現象がある。これは、蛍光体等に物理的に吸着した金属水銀が加熱により再び活性化されるためにおこるものであるが、蛍光体等に吸着した金属水銀は、通常の動作温度では発光に寄与しないということが発明者らによる研究でわかってきたので、電気炉で250℃に加熱して金属水銀を検出する原子吸光法では、発光に寄与する有効水銀の量と、蛍光体に物理吸着された発光に寄与しない消費水銀の量とを正しく分別定量することができない。

【0005】有効水銀と消費水銀とを分別する方法として、E. G. ThalerらはJ. Electrochem. Soc., Vol. 142 (No. 6) 第1968頁に記載されているように、真空排気により

水銀蒸気放電灯内の水銀から有効水銀を排除し、ガラス中に浸透した消費水銀をフッ酸と硝酸の混酸より定量分析する方法を提案している。しかしながら、この方法はガラス中の消費水銀のみを定量する方法であり、蛍光体中の消費水銀あるいは有効水銀の分析方法については述べられていない。また、この方法はあらかじめリークさせた水銀蒸気放電灯を真空系内にいれるため、放電灯内で常温で蒸気化している水銀（有効水銀の一部）は真空系外で拡散してしまい回収ができないため、有効水銀の正確な定量分析はできない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、水銀蒸気放電灯中の有効水銀と無効水銀を正しく分別定量する方法および装置を提供するものであり、必要水銀量を把握することにより、水銀蒸気放電灯に封入する水銀量の削減を図ることを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】この課題を解決するために本発明の水銀分析装置は、破壊治具を有するチャンバーと、前記チャンバーを加熱保温するための加熱手段と、前記チャンバーに接続された真空排気装置と、前記チャンバーと前記真空排気装置との間に配設された水銀トラップ手段とを具備している。この水銀分析装置により、有効水銀および消費水銀を正確に分別定量することができる。

【0008】また本発明の水銀分析装置は、加熱保温されたチャンバー内に水銀蒸気放電灯を設けて前記水銀蒸気放電灯を破壊治具で破壊し、前記チャンバー内を真空排気して、発光に寄与する有効水銀を水銀トラップ手段で捕集することにより、発光に寄与しない消費水銀と前記有効水銀とに分離する方法であり、この方法によって、有効水銀および消費水銀を正確に分別定量することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について図1を用いて説明する。

【0010】図1は本発明の一実施の形態における水銀蒸気放電灯の水銀分析装置の構成図であり、蛍光ランプ中の有効水銀と消費水銀を分別定量する例を図1を用いて説明する。SUSチャンバー1内に蛍光ランプ12を設置し、バルブ7を閉じバルブ6を開けた状態で真空排気装置4により真空排気しSUSチャンバー1内を真空にする。また、SUSチャンバー1をテープヒーター3により加熱し、SUSチャンバー1内の温度を熱電対2によって確認しながら蛍光ランプ12の動作温度である40℃に設定する。次に、ねじ式の破壊治具5により蛍光ランプ12を破壊し真空排気装置4で排気すると、SUSチャンバー1内で蒸気化した水銀（有効水銀）は水銀トラップ手段である液体N₂トラップ9によりガラス製のU字管10に捕集される。液体N₂トラップ9はた

3

例えば液体窒素を充填したデュアー瓶である。SUSチャンバー1からU字管10にいたる部分および途中から分岐してバルブ7にいたる部分のT字形のSUS配管11は、蒸気化した水銀が再び結露しないように50℃以上に適宜加熱保温している。

【0011】一定時間経過したのち、バルブ7を開放し、水銀検出装置として用いる四重極質量分析計8により、水銀イオンがSUSチャンバー1から放出されているか否かを確認する。水銀イオンの場合、質量数 m と電荷数 z との比 m/z は202であるので、 $m/z = 202$ のイオン電流値が1 nA以下になったら、SUSチャンバー1からの水銀イオンの放出が完了したものと判断して真空排気を終了する。もしイオン電流値が1 nAより大きい場合には、再びバルブ7を閉じて真空排気を続行し、一定時間が経過するごとに四重極質量分析計8で水銀イオンがSUSチャンバー1から放出されているか否か判断する。真空排気が終了した時点では、U字管10内に捕集されている水銀は有効水銀であり、蛍光ランプ12内に残存している水銀は消費水銀である。

【0012】真空排気が終了したら、ただちに、U字管10を装置より取り外し、硝酸を水で5倍に希釈した溶液によりU字管10の内壁に付着した水銀を80℃で1時間以上加温して溶解し、ICP発光分析法、還元気化原子吸光法などで水銀を定量分析する。一方、蛍光体等に付着して蛍光ランプ12内に残存する消費水銀は、有効水銀と同様に硝酸を水で5倍に希釈した溶液により80℃で1時間以上加温して溶解し、ICP発光分析法、還元気化原子吸光法などで水銀を定量分析する。

【0013】20W直管蛍光ランプFL20SS-EX-N/18を用い、点灯時間が0、500時間、5000時間である蛍光ランプについて分析した結果を図2に示す。これは本発明の水銀分析装置により蛍光ランプ内の有効水銀を除去し、蛍光ランプを長さ方向に4cmごとに分割した各部位を図2に示すようにpos.1～pos.9とし、硝酸を水で5倍に希釈した80℃の溶液に各部位の蛍光体を1時間以上浸すことによって蛍光体に付着した消費水銀を溶解し、溶解した消費水銀を湿式分析法の1つである還元気化原子吸光法で定量分析することによって、消費水銀量

4

の管内分布を調べたものである。蛍光ランプ点灯時間の経過とともに消費水銀量が顕著に増加しており、消費水銀のうち1/2～1/3は両電極近傍に集中していることがわかる。また、各部位の消費水銀量の総和をとることにより、蛍光ランプ内の消費水銀の総量を明確にすることができるので、蛍光ランプの点灯を維持するのに必要な水銀量を把握することができる。

【0014】本実施の形態の水銀分析装置は、破壊治具を有しているので、蛍光ランプをチャンバーに設けた後、蛍光ランプを破壊することができる。これにより、従来のように蛍光ランプ内の有効水銀の一部がチャンバー外で拡散することがないので、有効水銀および消費水銀を正確に定量することができる。

【0015】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、蛍光ランプ中で発光に寄与する有効水銀と発光に寄与しない消費水銀とを正確に分別し、定量することができる。したがって、本発明を実施することにより、水銀蒸気放電灯に封入する水銀量の削減を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

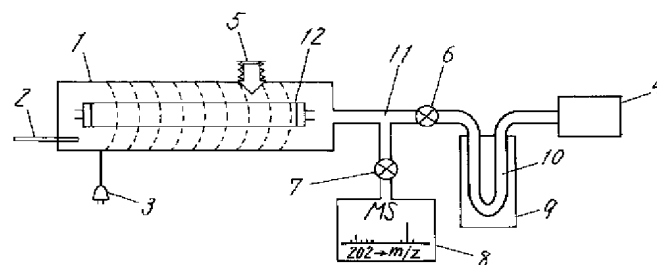
【図1】本発明の一実施の形態における水銀分析装置の構成図

【図2】蛍光ランプ点灯時間経過に伴う消費水銀量の管内分布を示す図

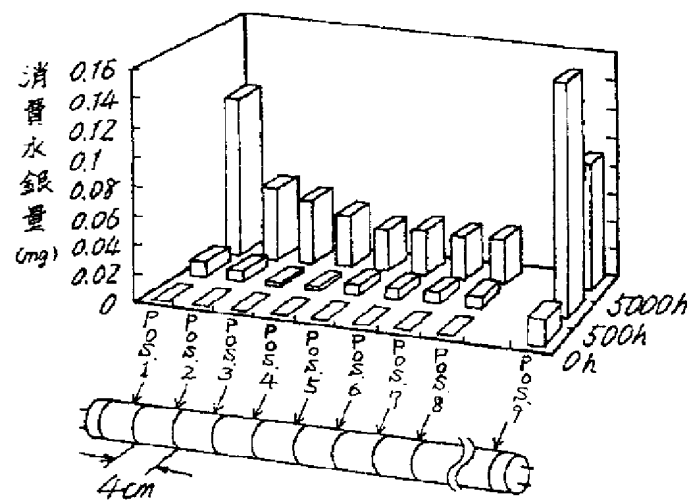
【符号の説明】

- 1 SUSチャンバー
- 2 熱電対
- 3 テープヒーター
- 4 真空排気装置
- 5 破壊治具
- 6 バルブ
- 7 バルブ
- 8 四重極質量分析計
- 9 液体N₂トラップ
- 10 U字管
- 11 SUS配管
- 12 蛍光ランプ

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 猪飼 泰博
大阪府高槻市幸町1番1号 松下電子工業
株式会社内

PAT-NO: JP411002592A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11002592 A
TITLE: MERCURY ANALYSIS
DEVICE AND MERCURY
ANALYSIS METHOD FOR
MERCURY VAPOR
DISCHARGE LAMP
PUBN-DATE: January 6, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
-------------	----------------

ATAKA, TOMOKO	
---------------	--

HONDA, KOJI	
-------------	--

MATSUO, KAZUHIRO	
------------------	--

IGAI, YASUHIRO	
----------------	--

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
-------------	----------------

MATSUSHITA ELECTRON CORP	N/A
--------------------------	-----

APPL-NO: JP09154787

APPL-DATE: June 12, 1997

INT-CL (IPC): G01N001/22 , G01N027/62

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To classify mercury, filled in a mercury vapor discharge lamp, into effective mercury contributing to emission and consumed mercury not contributing to emission and determine both mercury.

SOLUTION: An SUS chamber 1 heated and kept to the operating temperature of a fluorescent lamp by a tape heater 3 is provided with a fluorescent lamp 12 and mercury (effective mercury) vaporized by breaking the fluorescent lamp 12 by a breaking jig 5 and evacuating is collected into a U-shape tube 10 by a liquid N2 trap 9. Mercury depositing to the internal wall of the U-shape tube 10 is dissolved and determined by an ICP emission analysis method, an atomic absorption method, or the like. As to mercury remaining on the fluorescent lamp 12 (consumed mercury), the fluorescent lamp 12 is taken out of the SUS chamber 1, and then the consumed mercury is eluted and determined in the same way as the effective mercury.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO